

# 日本學術振興會第 19 小委員會，鐵鋼迅速分析法

## 酸性鋼滓中の珪酸定量方法 (第 2 法)

(重 量 法)

(昭和 27 年 11 月 18 日決定)

### 1. 要 旨

試料に溶融合剤を混じり半熔融状態になる迄加熱した後、これを塩酸で抽出し、ゼラチン溶液を加えて珪酸を沈澱させる。これを濾過、洗滌、灼熱、弗化水素酸処理後秤量して珪酸を定量する。

### 2. 操 作

炭酸カルシウム粉末約 4g をニッケル坩堝に採り、これに試料 0.2g を秤取し、その上に無水塩化カルシウム粉末約 1g を加え、良く攪拌混合する。これをガスバーナーで最初約 1 分間は弱い焔で、その後内容物の表面が黒くなる程度まで強熱して半熔融状態にする。冷却後塩酸 (比重 1.18) 約 15cc を入れてある 300cc ビーカー中に、ニッケル坩堝の底をたいて内容物を落とし、なお坩堝の内面は塩酸 (1:1) で洗つてビーカー中に合する。熱板上で加熱溶解して液量が約 5cc になるまで濃縮する。更に塩酸 (比重 1.18) 約 10cc を加えて約 60°C になる迄冷却し、ゼラチン溶液 (2%) 約 5cc を滴加して珪酸を沈澱させる。温湯を加えて全溶を約 50cc となし濾過用円錐を使用して吸引濾過し、初めは温塩酸 (1:10)、ついで温湯で洗滌する。沈澱を濾紙と共に白金坩堝に移して灼熱灰化し、冷却後秤量する。次に少量の硫酸及び弗化水素酸で処理して珪酸を揮散させた後再び秤量し次式によつて珪酸量を算出する。

$$\frac{\text{珪酸の揮散減量(g)} \times 100}{\text{試料(g)}} = \text{珪酸\%}$$

### 備 考

1. 試料採取の時金属鉄は注意して除去しておくことが必要である。
2. 試料は 300 メッシュ以下にしておくことが必要である。
3. 試料と溶融合剤の混合は、最初炭酸カルシウム粉末と試料を十分混合するように攪拌を行い、ついで無水塩化カルシウム粉末を加えた後全体を注意して十分攪拌するのがよい。
4. 半熔融状態に加熱する操作は、坩堝をバーナーの上方において加熱し、その間坩堝を廻さない方がよい。メッサーバーナー或は予熱後電気炉 (750°C~850°C, 約 5 分間) を使用すると半熔融が完全である。
5. ゼラチン溶液は、試料溶液の塩酸濃度を 25% としたものを 5 分間以上煮沸し、次に約 60°C 以下に冷却した後に加えなければならない。
6. ゼラチン溶液はなるべく新しく調製したものを使用する方がよい。
7. 珪酸を濾紙と共に坩堝に移して灰化する際は、残渣を吹き飛ばさぬよう注意して坩堝の上から酸素気流を吹きつけながら濾紙を灰化するがよい。
8. 予め溶融合剤についての空実験を行い、定量結果を補正することが必要である。
9. ゼラチン溶液の調製 ゼラチン約 2g を温湯約 100cc 中に加え煮沸しない程度に加温しながら溶解する。
10. 本分析操作の所要時間は大略次表の如くである。

分 析 操 作	所要時間(分)
試 料 秤 量	1
溶 融 縮 小	5
鹽 酸 抽 出, 濃 縮	6
濾 過, 洗 滌	5
灰 化, 灼 熱	5
冷 却, 秤 量	6
弗化水素酸處理, 秤量	10
計	38

### 文 献

- 19委—2089 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (桐山, 山下)
- 19委—2166 志村委員, 三菱鋼材株式會社 (關口)
- 19委—2170 木村委員, 住友金屬工業株式會社 (細田, 桐野)
- 19委—2341 小林委員, 株式會社日本製鋼所 (前川, 菊池)
- 19委—2393 伊丹委員, 株式會社神戸製鋼所
- 19委—2726 小出委員, 住友金屬工業株式會社 (桐山)

(名大・平野四藏氏寄稿)